

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001年6月14日 (14.06.2001)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/42526 A1

(51) 国際特許分類: C23C 4/00, B01J 19/02

(21) 国際出願番号: PCT/JP00/08584

(22) 国際出願日: 2000年12月4日 (04.12.2000)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願平 11/351546
1999年12月10日 (10.12.1999) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): トーカロ株式会社 (TOCALO CO., LTD.) [JP/JP]; 〒658-0013 兵庫県神戸市東灘区深江北町4丁目13番4号 Hyogo (JP). 東京エレクトロン株式会社 (TOKYO ELECTRON CO., LTD.) [JP/JP]; 〒107-0052 東京都港区赤坂5丁目3番6号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 原田良夫 (HARADA, Yoshio) [JP/JP]; 〒674-0057 兵庫県明石市大久保町高丘1丁目8番18号 Hyogo (JP). 竹内純一

(TAKEUCHI, Junichi) [JP/JP]; 〒658-0012 兵庫県神戸市東灘区本庄町2丁目5番12号706 Hyogo (JP). 濱口竜哉 (HAMAGUCHI, Tatsuya) [JP/JP]; 〒226-0002 神奈川県横浜市緑区東本郷4丁目13番12号 ビーライン6 102号室 Kanagawa (JP). 長山将之 (NAGAYAMA, Nobuyuki) [JP/JP]. 三橋康至 (MITSUHASHI, Kouji) [JP/JP]; 〒407-0003 山梨県韮崎市藤井町北下条2381番地の1 東京エレクトロン山梨株式会社内 Yamanashi (JP).

(74) 代理人: 小川順三, 外(OGAWA, Junzo et al.); 〒104-0061 東京都中央区銀座2丁目8番9号 木挽館銀座ビル Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): KR, US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: PLASMA PROCESSING CONTAINER INTERNAL MEMBER AND PRODUCTION METHOD THEREFOR

(54) 発明の名称: プラズマ処理容器内部材およびその製造方法

(57) Abstract: A plasma processing container internal member excellent in chemical corrosion and plasma erosion resistance under an environment containing halogen gases, and an advantageous production method therefor, the member being formed by coating the front surface of a substrate by a multi-layer composite layer consisting of a metal coating formed as an under-coat, an Al₂O₃ coating formed as an intermediate layer on the under-coat, and a Y₂O₃ spray deposit formed as a top-coat on the intermediate layer.

(57) 要約:

ハロゲンガスが含まれるような環境下での化学的腐食と耐プラズマエロージョン性とに優れるプラズマ処理容器内部材と、その有利な製造方法とを提案することを目的と、それは基材の表面が、アンダーコートとして形成された金属皮膜と、そのアンダーコート上に中間層として形成された Al₂O₃ 皮膜と、そしてその中間層上にトップコートとして形成された Y₂O₃ 溶射皮膜とからなる多層状複合層によって被覆された部材である。

明 細 書

プラズマ処理容器内部材およびその製造方法

5 技術分野

本発明は、耐プラズマエロージョン性に優れるプラズマ処理容器内部材とその製造方法に関するものである。

とくに本発明は、ハロゲン元素を含む処理ガスを用いるプラズマ雰囲気でのプラズマ処理に際して使用される部材、例えば、デポシールド、バッフルプレート、フォーカスリング、インシュレータリング、シールドリング、ペローズカバー、電極などの部材に適用できる技術である。

なお、本発明は、半導体製造装置の他、液晶デバイス製造装置の分野などにおけるプラズマ処理容器内部品に対して適用が可能である。

15 背景技術

一般に、半導体や液晶デバイスなどの製造プロセスでは、各種の処理において、 BF_3 や NF_3 のようなふっ化物、 BCl_3 や SnCl_4 などの塩化物、 HBr の如き臭化物などが処理ガスとして使用されるため、処理容器内の部材が著しく腐食損耗するという問題点があった。

例えば、半導体製造装置のプラズマ処理容器内に使われる材料としては、 Al や Al 合金などの金属材料、金属材料表面に被覆される Al の陽極酸化膜、ボロンカーバイドなどの溶射皮膜、 Al_2O_3 や Si_3N_4 などの焼結体皮膜、あるいはふっ素樹脂やエポキシ樹脂などの高分子皮膜が知られている。これらの材料は、腐食性の強いハロゲンイオンに接すると、化学的損傷を受けたり、 SiO_2 、 Si_3N_4 などの微粒子、およびプラズマによって励起されたイオンによって、エロージョン損傷を受けることが知られている。

とくに、ハロゲン化合物を用いるプロセスでは、反応のより一層の活性化を

図るため、しばしばプラズマが用いられる。しかし、このようなプラズマ使用環境下では、ハロゲン化合物は解離して非常に腐食性の強い原子状のF、Cl、Br、Iなどを発生する。この場合において、もし、その環境中に SiO_2 や Si_3N_4 、Si、Wなどの微粉末状固形物が存在すると、プラズマ処理容器内に用いられて
5 いる部材は、化学的腐食とともに、前記微粒子によるエロージョン損傷の両方の作用を強く受けることになる。

しかも、プラズマが励起された環境は、Ar ガスのように腐食性のない気体でもイオン化し、これが固体面に強く衝突する現象（イオンボンバードメント）が発生するので、上記容器内に配設されている各種部材は、より一層強い
10 損傷を受けることになる。

従来、こうした化学的腐食やエロージョン損傷を受ける場合に適用される技術としては、 Al_2O_3 薄膜の皮膜を形成する方法などがあった。しかし、これらの技術は、次のような問題点があった。

（1）Al および Al 合金を陽極酸化処理して耐食性を付与した Al_2O_3 膜（アルマイト）を被覆した材料については、ハロゲンガスを含む雰囲気中でプラズマエロージョンを受けると寿命が短いという問題がある。また、Al を含む皮膜なので、 AlF_3 のパーティクルが発生し、製造する半導体の製品不良を招くお
15 それがある。

（2）部材表面に、PVD法やCVD法によって、Sc、Y、La、Ce、Yb、Eu、
20 Dy などの周期律表第3a族元素の酸化物、炭化物、窒化物、ふっ化物などの緻密な皮膜を形成したり、 Y_2O_3 の単結晶を適用する技術がある（特開平10-4083号公報）。しかし、この技術は、成膜速度が遅く生産性に劣るほか、複数の皮膜部材を同時に形成（複合皮膜）できないという問題がある。

そこで、本発明の目的は、ハロゲンガスが含まれるような環境下での、化学
25 的腐食による損傷と、プラズマエロージョンによる損傷とに、対する抵抗力の大きい、プラズマ処理容器等の表面処理部材と、その有利な製造方法とを提案することにある。

発明の開示

本発明は、従来技術が抱えている上述した問題ならびに欠点を、以下に要約して述べる解決手段の採用によって克服したものである。すなわち、本発明の構成を整理すると、次の通りである。

5 (1) 基材の表面に、溶射法によって気孔率 0.2~10%、厚さ 50~2000 μ m の Y_2O_3 溶射皮膜のみからなる層を形成してなる被覆部材であること。

(2) 腐食性が強い環境の場合、例えば、ハロゲン化合物を含む雰囲気中におけるプラズマ発生条件下で、基材の表面に、アンダーコートとして、好ましくは溶射法により、 Y_2O_3 溶射皮膜との密着性に優れた、Ni およびその合金、
10 W およびその合金、Mo およびその合金、Ti およびその合金の中から選ばれる 1 種以上の金属・合金の皮膜を、50~500 μ m の厚さに被覆し、そしてそのアンダーコートの上に、 Y_2O_3 溶射皮膜を 50~2000 μ m 厚さに施工して複合層を形成してなる被覆部材であること。

(3) 腐食性がより強い環境の場合、基材の表面に、前記金属皮膜（好ましくは溶射皮膜）をアンダーコートとして施工した後、そのアンダーコートの上
15 に、中間層として Al_2O_3 の皮膜（好ましくは溶射皮膜）を形成し、さらにその中間層の上に、トップコートとして溶射によって前記 Y_2O_3 溶射皮膜を形成してなる多層状複合層を形成した被覆部材であること。

(4) また、腐食性がより強い環境の場合、基材の表面に、金属皮膜（好ましくは溶射皮膜）をアンダーコートとして施工した後、そのアンダーコートの上
20 に、中間層として Al_2O_3 と Y_2O_3 の混合物の皮膜（好ましくは溶射皮膜）を形成し、さらにその中間層の上に、トップコートとして溶射法によって Y_2O_3 溶射皮膜を形成した多層状複合層を形成してなる被覆部材であること。

(5) なお、上記の方法において、基材の表面に、直接またはアンダーコート
25 と中間層を施工した上に間接的に形成する Y_2O_3 溶射皮膜は、純度 95% 以上の Y_2O_3 粉末を使用し、この粉末を大気中でプラズマ溶射するか、実質的に酸素を含まない Ar ガスの減圧雰囲気下でプラズマ溶射するか、あるいは高速

フレイム溶射法や爆発溶射法などから選ばれた溶射方法を適用して得られる溶射皮膜を被覆した部材であること。

なかでも、Ar ガス減圧プラズマ溶射による方法が、耐食性の改善にも有効である。

5

発明を実施するための最良の形態

発明者らの研究によると、従来技術が抱えている上述した問題について、その解決のために研究した結果、プラズマ処理容器内部材の損傷は、ハロゲンガスによる化学的腐食による損傷と、プラズマエロージョンによる損傷とであることを突き止めた。そして、前記部材がプラズマによって励起されたハロゲンを含む雰囲気中で使用される場合には、とくに耐プラズマエロージョン性を起因とする損傷を防ぐことこそが重要であり、そうすれば化学的腐食防止に対しても有効に作用するとの知見を得た。

そこで、本発明では主として、耐プラズマエロージョン性に対して有効な皮膜の形成について研究した。その結果として、上掲の本発明にかかる部材を開発した。

すなわち、その課題解決の手段として採用した本発明は、基本的には、金属、セラミックス、炭素材料などの基材表面に、溶射法によって、 Y_2O_3 のみからなる溶射皮膜を形成したものである。そして、こうした部材が使用される環境の腐食性が強い場合には、前記 Y_2O_3 溶射皮膜の下に、耐ハロゲンガス腐食性の強い特性を示す金属のアンダーコートを設定すると共に、さらには Al_2O_3 や Y_2O_3 の中間層をも設けて複合化させたものを開発した。

以下、本発明にかかる部材の構成について詳しく説明する。

(1) 基材について

上記溶射皮膜の施工対象となる基材としては、ステンレス鋼を含む各種の鋼、アルミニウムおよびアルミニウム合金、タングステンおよびタングステン合金、チタンおよびチタン合金、モリブデンおよびモリブデン合金および炭素ならび

に酸化物系、非酸化物系セラミックス焼結体、あるいは炭素質材料などが好適である。

- 5 なお、銅および銅合金は、プラズマエロージョンやハロゲン化合物による腐食作用によって放出され、環境汚染の原因となるので好ましくない。従って、もし装置の構成上、銅および銅合金の使用が必要な場合は、電気めっき、化学めっき、蒸着などの手段で Cr、Ni など被覆しておく必要がある。

(2) 皮膜構成について

- 10 上記基材表面への皮膜の形成は、基材をプラスト処理した後、 Y_2O_3 を直接に溶射して成膜するか、または、基材表面にまずアンダーコート層として、耐ハロゲンガス腐食性の強い金属材料からなる皮膜を、PVD処理、CVD処理もしくは溶射処理して形成し、そのアンダーコートの上に Y_2O_3 粉末をトップコートとして溶射して複合層としたものが好ましい。この場合において、前記金属アンダーコート（溶射皮膜等）は、膜厚は $50 \sim 500 \mu m$ の範囲内とする。
- 15 アンダーコート層が $50 \mu m$ より薄いとアンダーコートとしての作用効果が弱く、一方、 $500 \mu m$ を超える厚さでは効果が飽和するので肥厚化の意味がなく、得策でないからである。

かかるアンダーコート用金属材料としては、ニッケルおよびニッケル合金、タングステンおよびタングステン合金、モリブデンおよびモリブデン合金、チタンおよびチタン合金などが好適である。

- 20 一方、トップコートとなる Y_2O_3 溶射皮膜は、基材表面に直接施工したものであれ、また、前記アンダーコートの上に溶射して複合層にしたものであれ、さらには中間層として Al_2O_3 や $Al_2O_3 + Y_2O_3$ 皮膜を設けた場合であれ、いずれにしても $50 \sim 2000 \mu m$ の厚さに施工することが好ましい。その理由は、 $50 \mu m$ より薄い層ではプラズマエロージョンによる損傷の防止に対して効果が乏しく、一方、 $2000 \mu m$ より厚くしても効果が飽和して経済的でないからである。
- 25 なお、トップコートの Y_2O_3 溶射皮膜の気孔率は、 $0.5 \sim 10 \%$ の範囲がよい。

0.5% 以下の皮膜は溶射法では製造が困難であり、また、 10% 以上の気孔率

の皮膜では耐食性、耐プラズマエロージョン性に劣るからである。

(3) 部材最表面層の Y_2O_3 溶射皮膜について

本発明の最も特徴とする構成は、基材の最表面層の構成として、ハロゲンガスを含む雰囲気中で耐プラズマエロージョン性を示す材料として Y_2O_3 を採用し、
5 これを溶射層として被覆形成するところにある。即ち、本発明者らの研究によると、 Y_2O_3 は、比重が 4.84、融点が $2410^{\circ}C$ で、酸素との化学的結合力が強い
ため、ハロゲンガスを含む雰囲気中でプラズマエロージョン作用をうけても、安定した状態を維持することがわかった。ただし、この Y_2O_3 については、純
10 度が 95% 以上のものを用いることが必要であり、Fe、Mg、Cr、Al、Ni、Si などの不純物が酸化物として含まれていると、耐エロージョン性が低下するので
好ましくない。98% 以上の純度のものがより好ましい。

なお、この Y_2O_3 溶射皮膜の直下に形成させる中間層の Al_2O_3 は、化学的に安定であるうえ、大気プラズマ溶射や減圧プラズマ溶射環境下においても変化が
少なく、 Y_2O_3 の耐プラズマエロージョン性を補償する作用を担うものである。

15 (4) 被覆方法

a. 溶射皮膜の形成

本発明においては、少なくとも最表面層トップコートの Y_2O_3 皮膜は溶射皮膜とする。そして、好ましくはこのトップコート溶射皮膜下にはこの皮膜をさらに強化する意味で、全体の皮膜構成を次のような多層構造にすることが好まし
20 い。

即ち、基材の表面に、金属溶射皮膜のアンダーコートを施工した後、その上に Al_2O_3 溶射皮膜もしくは傾斜配合にかかる Al_2O_3 と Y_2O_3 との混合物溶射皮膜を中間層として施工し、さらに、その上にトップコートとして、 Y_2O_3 溶射皮膜を形成するのである。

25 このような皮膜構成が好ましい理由は、金属溶射皮膜に比較して耐食性、耐プラズマエロージョン性に優れる Al_2O_3 を中間層として形成することで、溶射皮膜を多層構造化し、皮膜の貫通気孔を少なくして耐食性、耐エロージョン性

を向上させることができるからである。しかも、中間層としての Al_2O_3 は、アンダーコートおよびトップコートの両方とも良好な密着性を発揮する。この意味において、中間層は、 Al_2O_3 と Y_2O_3 との混合物の層とすることがより好ましく、この場合、アンダーコート側の Al_2O_3 濃度を高くする一方、トップコート側では Y_2O_3 濃度が高くなるような傾斜配合にかかる混合層とすることが好ましい。このような中間層の形成は、溶射法を採用すると容易に施工することができるので、中間層が溶射皮膜として形成されることは好ましい実施形態といえる。なお、中間層の厚さは、トップコートの Y_2O_3 溶射皮膜と同一の範囲が好適である。

- 10 本発明において、金属や Al_2O_3 、 Y_2O_3 の溶射皮膜を形成するには、大気プラズマ溶射法または、実質的に酸素を含まない雰囲気中でのプラズマ溶射法が好適であるが、高速フレイム溶射や爆発溶射法による施工も可能である。

b. CVD法およびPVD法によるアンダーコート，中間層の形成

- CVD法では、所要の金属ハロゲン化合物の蒸気を、水素などによって還元析出させ、その後酸素または酸素化合物によって酸化させるが、大気中で加熱することによって、酸化物皮膜に変化させることによって成膜する。

一方、PVD法では、焼結体または粉末を原料とし、これに電子ビームを照射して揮散させ、これを基材表面に析出させることによって成膜する。

- 一般に、CVD法、PVD法による皮膜の形成は、薄膜（例えば $50\text{ }\mu\text{m}$ 前後）の施工に適している。

(5) 本発明にかかる部材の使用環境について

本発明にかかる部材表面に被覆した Y_2O_3 溶射皮膜は、ハロゲン化合物を含む雰囲気下において発生するプラズマ環境下で使用する場合に特に有用である。

- もちろん、ハロゲン元素またはハロゲン化合物を含まない N_2 、 H_2 などの雰囲気下におけるプラズマエロージョン作用に対しても本発明は有効であり、この場合は、とくにハロゲン元素、化合物を含む雰囲気と比較して、エロージョン損傷が緩やかであるので、本発明にかかる皮膜被覆部材は長期間にわたって

安定した性能を発揮する。

実施例

実施例 1

この実施例では、アルミニウム製試験片（寸法：幅 50mm×長 50mm×厚 5
5 mm）の片面をブラスト処理によって粗面化した後、 Y_2O_3 溶射材料を用いて大気
プラズマ溶射法と、Ar ガスで雰囲気圧力を 50～200hPa に制御した減圧プラ
ズマ溶射法によって、それぞれ膜厚 300 μ m の Y_2O_3 溶射皮膜を形成した。

また、アルミニウム製試験片の片面に、大気プラズマ溶射法によって、Ni-
20%Al 合金のアンダーコート、膜厚 100 μ m 厚に施工したあと、前記 Y_2O_3
10 をトップコートとして 300 μ m 厚に被覆したものを作製した。

その後、これらの試験片表面に形成されている Y_2O_3 溶射皮膜の気孔率、密
着強さ、および熱衝撃試験（500℃に維持されている電気炉中で 20 分間加熱
した後、炉外にて空冷の操作を 1 サイクルとして 10 サイクル繰り返す試験）
を行った。なお、比較例として、 Al_2O_3 の溶射皮膜についても同じ条件、同じ
15 工程で施工したものを供試した。

表 1 は、このときの試験結果をまとめたものである。

本発明に適合する皮膜は、試験片の表面に Y_2O_3 皮膜を直接被覆したもの
（No. 1、3）をはじめ、アンダーコートを施した上に Y_2O_3 皮膜を形成したも
の（No. 2、4）を含む全ての皮膜が良好な密着性と耐熱衝撃性を示し、 Al_2O_3
20 皮膜に比較しても全く遜色がない。とくに、減圧プラズマ溶射法で形成された
 Y_2O_3 皮膜は、大気溶射法の皮膜に比較して気孔率が少ないので、良好な耐食性
も期待できる。

表 1

No.	溶射法	皮膜の構成		気孔率 (%)	密着強さ (MPa)	熱衝撃試験 外観目視	備考
		アンダーコート	トップコート				
1	大気 プラズマ	なし	Y_2O_3	5 ~ 9	35 ~ 38	剥離なし	実施例
2		Ni-20Al	Y_2O_3	6 ~ 8	38 ~ 41	剥離なし	
3	減圧 プラズマ	なし	Y_2O_3	0.2 ~ 3	40 ~ 41	剥離なし	
4		Ni-20Al	Y_2O_3	0.3 ~ 4	40 ~ 44	剥離なし	
5	大気 プラズマ	なし	Al_2O_3	8 ~ 12	38 ~ 42	剥離なし	比較例
6		Ni-20Al	Al_2O_3	9 ~ 12	35 ~ 44	剥離なし	
7	減圧 プラズマ	なし	Al_2O_3	0.5 ~ 5	38 ~ 44	剥離なし	
8		Ni-20Al	Al_2O_3	0.6 ~ 7	39 ~ 43	剥離なし	

(備考)

(1) 皮膜厚さ：アンダーコート 100 μ m、トップコート 300 μ m

(2) 密着強さは JIS H8666 セラミック溶射皮膜試験方法規定の密着強さ試験法による。

5 (3) 熱衝撃試験：500℃×20min →室温（空冷） 繰り返し 10 回後の外観観察

実施例 2

この実施例では、50mm×100mm×5mm 厚のアルミニウム製基材を用いて、
表 2 に示すような表面処理を施した後、それぞれの基材から寸法 20mm×20
10 mm×5mm の試験片を切り出し、さらに表面処理面が 10mm×10mm の範囲が
露出するように他の部分をマスクし、下記条件にて 20 時間照射して、プラズ
マエロージョンによる損傷量を減肉厚さとして求めた。

(1) ガス雰囲気と流量条件

CF₄、Ar、O₂ の混合ガスを下記条件の雰囲気とした。15 CF₄/Ar/O₂=100/1000/10 (1 分間当たりの流量 cm³)

(2) プラズマ照射出力

高周波電力 : 1300W

圧力 : 133.3Pa

その試験結果を表 2 に示した。この表 2 に示す結果から明らかなように、比
20 較例（現行技術）による陽極酸化皮膜（No.8）をはじめ、B₄C 溶射皮膜（No.
10）は、いずれもプラズマエロージョンによる損傷量が大きく、実用的でな

いことがうかがえる。ただ、比較例においても Al_2O_3 溶射皮膜 (No. 9) は比較的良好な耐プラズマエロージョン性を示した。

これに対し、本発明の Y_2O_3 溶射皮膜は、極めて優れた耐プラズマエロージョン性を発揮し、ハロゲン化合物を含む雰囲気下においても良好な性能を維持

5 することが認められた。

表 2

No.	溶射法	表面処理法	アンダーコートの有無	エロージョン損失深さ (μm)	備考
1	Y_2O_3 (99.9 %)	溶 射	有	6.2	実施例
2			無	6.1	
3	Y_2O_3 (99.8 %)	溶 射	有	7.6	
4			無	7.2	
5	Y_2O_3 (99.5 %)	溶 射	有	6.5	
6			無	6.3	
7	Y_2O_3 (99.9 %)	PVD	無	6.6	比較例
8	Al_2O_3	陽極酸化	無	39.5	
9	Al_2O_3	溶 射	有	8.1	
10	B_4C	溶 射	有	28.0	
11	石英	—	無	39.0	

(備考)

- 10 (1) 溶射は大気プラズマ溶射法を用い、アンダーコートの膜厚 $80\mu\text{m}$
 Y_2O_3 , Al_2O_3 などのトップコートの膜厚は $200\mu\text{m}$ に成膜
 (2) アンダーコートの材質は 80%Ni-20%Al
 (3) 陽極酸化は JIS H8601 規定の AA25 に準じて成膜させたものである。

実施例 3

- 15 この実施例では、幅 50mm × 長さ 100mm × 厚 5mm のアルミニウム製基材上に、アンダーコートとして 80%Ni-20%Al を $80\mu\text{m}$ 、中間層として Al_2O_3 、または Al_2O_3 50 vol% / Y_2O_3 50 vol% の混合物を $100\mu\text{m}$ 、その上に Y_2O_3 を $200\mu\text{m}$ 厚に、それぞれ大気プラズマ溶射法によって成膜した後、実施例 2 の条件でプラズマエロージョン試験を実施した。

その結果、本発明の溶射皮膜は、最表層部（トップコート）に Y_2O_3 溶射皮膜を形成している限り、中間層として Al_2O_3 、 Al_2O_3/Y_2O_3 混合物層を配設しても、耐プラズマエロージョン性には影響を受けず、20時間の照射で $6.1 \sim 7.5 \mu m$ の消失が認められたに過ぎず、多層構造皮膜でも十分な性能を発揮することが認められた。

実施例 4

この実施例では、現行のアルミニウム製基材を陽極酸化（アルマイト処理）した試験片と、基材上にアンダーコートとして 80%Ni-20%Al の合金皮膜を $100 \mu m$ 厚に被覆し、その上にトップコートとして Y_2O_3 皮膜を $250 \mu m$ 、
10 それぞれプラズマ溶射法によって形成した試験片を用いて、下記の条件でプラズマエッチングを行い、エッチングによって削られて飛散するパーティクル（粒子）の数は同じチャンバー内に静置した直径 8 インチのシリコンウエハーの表面に付着する粒子数によって比較した。なお、付着する粒子数は表面検査装置によって調査し、概ね粒径 $0.2 \mu m$ 以上の粒子を対象にして行った。

15 (1) ガス雰囲気と流量条件

CHF_3 、 O_2 、Ar をそれぞれ下記のような混合比で流通した。

$CHF_3/O_2/Ar = 80/100/160$ （1 分間当たりの流量 cm^3 ）

(2) プラズマ照射出力

高周波電力 : 1300W
20 圧力 : 4 Pa
温度 : 60°C

この実験の結果、陽極酸化（アルマイト膜）した試験片では、プラズマ照射 17.5 時間後、一般的なチャンバー内のパーティクル管理値の 30 個を超え 25 時間後では 150 個以上となった。このパーティクルの組成は、Al、F からなるものであった。

これに対し、本発明に適合する Y_2O_3 溶射皮膜では、7.0 時間照射後になって、やっと管理限界値を超える程度にとどまり、優れた耐プラズマエロージョ

ン性を示した。

産業上の利用可能性

- 以上説明したように本発明によれば、金属質、または非金属質基材の上に、 Y_2O_3 溶射皮膜を直接形成するか、金属質のアンダーコートを施工した上に、
- 5 Y_2O_3 溶射皮膜を形成した部材では、ハロゲン化合物を含むガス雰囲気下におけるプラズマエロージョン作用を受ける環境下で使用した場合に、優れた抵抗性を示す。このため、長時間にわたってプラズマエッチング作業を続けても、チャンパー内はパーティクルによる汚染が少なく、高品質製品を効率よく生産することが可能となる。また、チャンパー内のパーティクルによる汚染速度が遅
- 10 くなるため、清浄化作業の間隔が長くなり、生産性の向上が期待でき、半導体製造装置や液晶デバイスなどの分野における、プラズマ処理容器内部材として極めて有効である。

請 求 の 範 囲

1. 基材の表面が Y_2O_3 溶射皮膜によって被覆されていることを特徴とする、プラズマ処理容器内部材。
- 5 2. 基材の表面に、アンダーコートとして形成された金属皮膜を有し、そのアンダーコートの上には、トップコートとして形成された Y_2O_3 溶射皮膜を有する、プラズマ処理容器内部材。
3. 基材表面に、アンダーコートとして形成された金属皮膜を有し、そのアンダーコートの上には中間層を有し、その中間層の上にはトップコートとして形成された Y_2O_3 溶射皮膜を有することを特徴とする、プラズマ処理容器内部材。
- 10 4. アンダーコートの金属皮膜は、Ni およびその合金、W およびその合金、Mo およびその合金、Ti およびその合金から選ばれたいずれか 1 種以上の金属、合金を用いて 50～500 μm 厚に形成された皮膜であることを特徴とする、請求の範囲 1、2 または 3 に記載のプラズマ処理容器内部材。
- 15 5. 中間層は、 Al_2O_3 もしくは Al_2O_3 と Y_2O_3 との混合物の層にて形成されていることを特徴とする、請求の範囲 1、2 または 3 に記載のプラズマ処理容器内部材。
6. 中間層は、アンダーコート側では Al_2O_3 の濃度が高く、一方トップコート側では Y_2O_3 の濃度が高い傾斜濃度をもつ層にて形成されていることを特徴とする、請求の範囲 5 に記載のプラズマ処理容器内部材。
- 20 7. Y_2O_3 溶射皮膜は、気孔率が 0.5～10%、膜厚 50～2000 μm の皮膜であることを特徴とする、請求の範囲 1、2 または 3 に記載のプラズマ処理容器内部材。
8. 基材の表面に、 Y_2O_3 を溶射法にて被覆して、 Y_2O_3 溶射皮膜を形成することを特徴とする、プラズマ処理容器内部材の製造方法。
- 25 9. 基材の表面に、CVD 法、PVD 法あるいは溶射法のいずれか 1 種以上の表面処理法を適用し、アンダーコートとして、Ni、W、Mo もしくは Ti およ

びそれらの合金からなる金属の層を被覆し、その上アンダーコートの上にトップコートとして、 Y_2O_3 を被覆することにより複合層とすることを特徴とする、プラズマ処理容器内部材の製造方法。

10. 基材の表面に、CVD法、PVD法あるいは溶射法のいずれか1種以上
5 の表面処理法を適用し、Ni、W、Mo もしくは Ti およびその合金からなる金属を被覆してアンダーコートを形成し、次いでそのアンダーコートの上に、 Al_2O_3 もしくは Al_2O_3 と Y_2O_3 との混合物を被覆して中間層を形成し、その後その中間層の上に、 Y_2O_3 を被覆してトップコートを形成して複合層とすることを特徴とする、プラズマ処理容器内部材の製造方法。

10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/08584

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C23C 4/00, B01J 19/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C23C 4/00, B01J 19/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
 Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 10-45461, A (Kyocera Corporation), 17 February, 1998 (17.02.98) (Family: none)	1-10

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier document but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
 31 January, 2001 (31.01.01)

Date of mailing of the international search report
 13 February, 2001 (13.02.01)

Name and mailing address of the ISA/
 Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JPO0/08584

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C23C 4/00, B01J 19/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C23C 4/00, B01J 19/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926—1996年
 日本国公開実用新案公報 1971—2000年
 日本国登録実用新案公報 1994—2000年
 日本国実用新案登録公報 1996—2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 10—45461, A (京セラ株式会社), 17. 2月 . 1998 (17. 02. 98), (ファミリーなし)	1—10

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

31. 01. 01

国際調査報告の発送日

13.02.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
 郵便番号100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

鈴木正紀



4E

8520

電話番号 03-3581-1101 内線 3424

国際調査報告

国際出願番号 PCT/J P 00/08584

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C 23 C 4/00, B 01 J 19/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C 23 C 4/00, B 01 J 19/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2000年

日本国登録実用新案公報 1994-2000年

日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P, 10-45461, A (京セラ株式会社), 17. 2月 . 1998 (17. 02. 98), (ファミリーなし)	1-10

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

31. 01. 01

国際調査報告の発送日

13.02.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

鈴木正紀

4E

8520

電話番号 03-3581-1101 内線 3424

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF RECEIPT OF
RECORD COPY

(PCT Rule 24.2(a))

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

OGAWA, Junzo
Kobikikan Ginza Building
8-9, Ginza 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 104-0061
JAPON

Date of mailing (day/month/year) 09 January 2001 (09.01.01)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference GH1233-PCT	International application No. PCT/JP00/08584

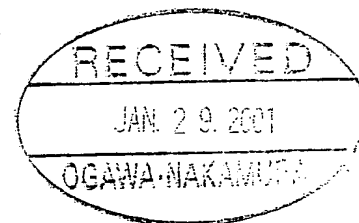
The applicant is hereby notified that the International Bureau has received the record copy of the international application as detailed below.

Name(s) of the applicant(s) and State(s) for which they are applicants:

TOCALO CO., LTD. et al (for all designated States except US)
HARADA, Yoshio et al (for US)

International filing date : 04 December 2000 (04.12.00)
Priority date(s) claimed : 10 December 1999 (10.12.99)
Date of receipt of the record copy
by the International Bureau : 15 December 2000 (15.12.00)
List of designated Offices :

EP : AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR
National : KR, US



ATTENTION

The applicant should carefully check the data appearing in this Notification. In case of any discrepancy between these data and the indications in the international application, the applicant should immediately inform the International Bureau.

In addition, the applicant's attention is drawn to the information contained in the Annex, relating to:

- ☒ time limits for entry into the national phase
- ☒ confirmation of precautionary designations
- ☒ requirements regarding priority documents

A copy of this Notification is being sent to the receiving Office and to the International Searching Authority.

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. (41-22) 740.14.35	Authorized officer: Susumu Kubo Telephone No. (41-22) 338.83.38
--	---

INFORMATION ON TIME LIMITS FOR ENTERING THE NATIONAL PHASE

The applicant is reminded that the "national phase" must be entered before each of the designated Offices indicated in the Notification of Receipt of Record Copy (Form PCT/IB/301) by paying national fees and furnishing translations, as prescribed by the applicable national laws.

The time limit for performing these procedural acts is **20 MONTHS** from the priority date or, for those designated States which the applicant elects in a demand for international preliminary examination or in a later election, **30 MONTHS** from the priority date, provided that the election is made before the expiration of 19 months from the priority date. Some designated (or elected) Offices have fixed time limits which expire even later than 20 or 30 months from the priority date. In other Offices an extension of time or grace period, in some cases upon payment of an additional fee, is available.

In addition to these procedural acts, the applicant may also have to comply with other special requirements applicable in certain Offices. **It is the applicant's responsibility** to ensure that the necessary steps to enter the national phase are taken in a timely fashion. Most designated Offices do not issue reminders to applicants in connection with the entry into the national phase.

For detailed information about the procedural acts to be performed to enter the national phase before each designated Office, the applicable time limits and possible extensions of time or grace periods, and any other requirements, see the relevant Chapters of Volume II of the PCT Applicant's Guide. Information about the requirements for filing a demand for international preliminary examination is set out in Chapter IX of Volume I of the PCT Applicant's Guide.

GR and ES became bound by PCT Chapter II on 7 September 1996 and 6 September 1997, respectively, and may, therefore, be elected in a demand or a later election filed on or after 7 September 1996 and 6 September 1997, respectively, regardless of the filing date of the international application. (See second paragraph above.)

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination.

CONFIRMATION OF PRECAUTIONARY DESIGNATIONS

This notification lists only specific designations made under Rule 4.9(a) in the request. It is important to check that these designations are correct. Errors in designations can be corrected where precautionary designations have been made under Rule 4.9(b). The applicant is hereby reminded that any precautionary designations may be confirmed according to Rule 4.9(c) before the expiration of 15 months from the priority date. If it is not confirmed, it will automatically be regarded as withdrawn by the applicant. There will be no reminder and no invitation. Confirmation of a designation consists of the filing of a notice specifying the designated State concerned (with an indication of the kind of protection or treatment desired) and the payment of the designation and confirmation fees. Confirmation must reach the receiving Office within the 15-month time limit.

REQUIREMENTS REGARDING PRIORITY DOCUMENTS

For applicants who have not yet complied with the requirements regarding priority documents, the following is recalled.

Where the priority of an earlier national, regional or international application is claimed, the applicant must submit a copy of the said earlier application, certified by the authority with which it was filed ("the priority document") to the receiving Office (which will transmit it to the International Bureau) or directly to the International Bureau, before the expiration of 16 months from the priority date, provided that any such priority document may still be submitted to the International Bureau before that date of international publication of the international application, in which case that document will be considered to have been received by the International Bureau on the last day of the 16-month time limit (Rule 17.1(a)).

Where the priority document is issued by the receiving Office, the applicant may, instead of submitting the priority document, request the receiving Office to prepare and transmit the priority document to the International Bureau. Such request must be made before the expiration of the 16-month time limit and may be subjected by the receiving Office to the payment of a fee (Rule 17.1(b)).

If the priority document concerned is not submitted to the International Bureau or if the request to the receiving Office to prepare and transmit the priority document has not been made (and the corresponding fee, if any, paid) within the applicable time limit indicated under the preceding paragraphs, any designated State may disregard the priority claim, provided that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

Where several priorities are claimed, the priority date to be considered for the purposes of computing the 16-month time limit is the filing date of the earliest application whose priority is claimed.

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION CONCERNING
SUBMISSION OR TRANSMITTAL
OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

OGAWA, Junzo
Kobikikan Ginza Building
8-9, Ginza 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 104-0061
JAPON

Date of mailing (day/month/year) 08 February 2001 (08.02.01)	IMPORTANT NOTIFICATION International filing date (day/month/year) 04 December 2000 (04.12.00) Priority date (day/month/year) 10 December 1999 (10.12.99)
Applicant's or agent's file reference GH1233-PCT	
International application No. PCT/JP00/08584	
International publication date (day/month/year) Not yet published	
Applicant TOCALO CO., LTD. et al	

- The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
- This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.
- An asterisk(*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
- The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

<u>Priority date</u>	<u>Priority application No.</u>	<u>Country or regional Office or PCT receiving Office</u>	<u>Date of receipt of priority document</u>
10 Dec 1999 (10.12.99)	11/351546	JP	26 Janu 2001 (26.01.01)

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. (41-22) 740.14.35	Authorized officer Somsak Thiphrakesone Telephone No. (41-22) 338.33.38
--	---

PATENT COOPERATION TREATY

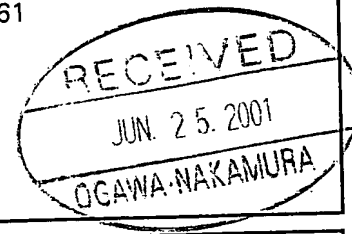
PCT

NOTICE INFORMING THE APPLICANT OF THE COMMUNICATION OF THE INTERNATIONAL APPLICATION TO THE DESIGNATED OFFICES

(PCT Rule 47.1(c), first sentence)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:
OGAWA, Junzo
Kobikikan Ginza Building
8-9, Ginza 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 104-0061
JAPON



Date of mailing (day/month/year) 14 June 2001 (14.06.01)		
Applicant's or agent's file reference GH1233-PCT		IMPORTANT NOTICE
International application No. PCT/JP00/08584	International filing date (day/month/year) 04 December 2000 (04.12.00)	Priority date (day/month/year) 10 December 1999 (10.12.99)
Applicant TOCALO CO., LTD. et al		

1. Notice is hereby given that the International Bureau has communicated, as provided in Article 20, the international application to the following designated Offices on the date indicated above as the date of mailing of this Notice:
KR,US

In accordance with Rule 47.1(c), third sentence, those Offices will accept the present Notice as conclusive evidence that the communication of the international application has duly taken place on the date of mailing indicated above and no copy of the international application is required to be furnished by the applicant to the designated Office(s).

2. The following designated Offices have waived the requirement for such a communication at this time:
EP

The communication will be made to those Offices only upon their request. Furthermore, those Offices do not require the applicant to furnish a copy of the international application (Rule 49.1(a-bis)).

3. Enclosed with this Notice is a copy of the international application as published by the International Bureau on 14 June 2001 (14.06.01) under No. WO 01/42526

REMINDER REGARDING CHAPTER II (Article 31(2)(a) and Rule 54.2)

If the applicant wishes to postpone entry into the national phase until 30 months (or later in some Offices) from the priority date, a demand for international preliminary examination must be filed with the competent International Preliminary Examining Authority before the expiration of 19 months from the priority date.

It is the applicant's sole responsibility to monitor the 19-month time limit.

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination.

REMINDER REGARDING ENTRY INTO THE NATIONAL PHASE (Article 22 or 39(1))

If the applicant wishes to proceed with the international application in the national phase, he must, within 20 months or 30 months, or later in some Offices, perform the acts referred to therein before each designated or elected Office.

For further important information on the time limits and acts to be performed for entering the national phase, see the Annex to Form PCT/IB/301 (Notification of Receipt of Record Copy) and Volume II of the PCT Applicant's Guide.

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer J. Zahra
Facsimile No. (41-22) 740.14.35	Telephone No. (41-22) 338.83.38

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/08584

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C23C 4/00, B01J 19/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ C23C 4/00, B01J 19/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim N .
A	JP, 10-45461, A (Kyocera Corporation), 17 February, 1998 (17.02.98) (Family: none)	1-10

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
31 January, 2001 (31.01.01)

Date of mailing of the international search report
13 February, 2001 (13.02.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

PCT

国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 GH1233-PCT	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。		
国際出願番号 PCT/JP00/08584	国際出願日 (日.月.年) 04.12.00	優先日 (日.月.年) 10.12.99	
出願人(氏名又は名称) トーカロ株式会社			

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 2 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

- a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。
☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。
- b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。
☐ この国際出願に含まれる書面による配列表
☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表
☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。
☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。
☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。
☐ 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、
 第 _____ 図とする。 ☐ 出願人が示したとおりである。 ☒ なし
☐ 出願人は図を示さなかった。
☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C23C 4/00, B01J 19/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C23C 4/00, B01J 19/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926—1996年

日本国公開実用新案公報 1971—2000年

日本国登録実用新案公報 1994—2000年

日本国実用新案登録公報 1996—2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P, 10—45461, A (京セラ株式会社), 17. 2月 1998 (17. 02. 98), (ファミリーなし)	1—10

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

31. 01. 01

国際調査報告の発送日

13.02.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

鈴木正紀



4 E

8520

電話番号 03-3581-1101 内線 3424

整理番号 P99TO216

発送番号 081810

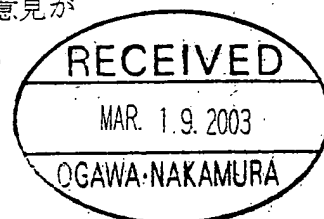
発送日 平成15年 3月18日 1 / 3

拒絶理由通知書

特許出願の番号	平成11年 特許願 第351546号
起案日	平成15年 3月 6日
特許庁審査官	北村 明弘 8019 4R00
特許出願人代理人	小川 順三 (外 1名) 様
適用条文	第29条第2項、第29条の2

この出願は、次の理由によって拒絶をすべきものである。これについて意見があれば、この通知書の発送の日から60日以内に意見書を提出して下さい。

理 由



1. この出願の下記の請求項に係る発明は、その出願前日本国内又は外国において頒布された下記の特許出願の願書に最初に添付された明細書又は図面に記載された発明と同一であり、しかも、この出願の発明者がその出願前の特許出願に係る上記の発明をした者と同じであるから、特許法第29条第2項の規定により特許を受けることができない。

2. この出願の下記の請求項に係る発明は、その出願の日前の特許出願であって、その出願後に特許公開がされた下記の特許出願の願書に最初に添付された明細書又は図面に記載された発明と同一であり、しかも、この出願の発明者がその出願前の特許出願に係る上記の発明をした者と同じであるから、特許法第29条第2項の規定により特許を受けることができない。

記 (引用文献等については引用文献等一覧参照)

(1) 理由1について

・請求項1～10

・引用文献等1～4 (以下、引用例1～4という。)

(備考)

引用例1には、プラズマ処理装置表面に溶射によりセラミック被膜を形成したもの(請求項4)が記載され、C1系反応ガスに耐性のある酸化アルミニウム被膜を形成することが記載されている。

引用例2には、プラズマ処理装置等のハロゲンガスに対する高い耐食性を有する部材として、第2a族元素または第3a族元素の化合物を主体とするセラミッ

ク焼結体で構成したもの（特許請求の範囲）が記載され、当該セラミックとして、 Y_2O_3 （表1、表2）が記載されている。

引用例3には、鋳型内面に100～300 μm の Y_2O_3 をプラズマ溶射法で被覆したもの（特許請求の範囲、第4頁No1～9）が記載されている。

引用例4には、基材にアンダーコート、中間層、トップコートからなる多層溶射被膜について記載されている（3・4・8項参照）。

・請求項1、7、8について

プラズマ処理容器内部材においてハロゲン雰囲気での損傷防止のために、酸化アルミ被膜を溶射形成することは、引用例1記載のように周知である。それに対して、本願発明は、 Y_2O_3 溶射皮膜を被覆する点を特徴とする。しかし、プラズマ処理装置に Y_2O_3 部材を用いたものが引用例2に記載され、 Y_2O_3 溶射皮膜を形成したものが引用例3に記載されているから、従来の酸化アルミに替えて Y_2O_3 を用いることは、当業者が容易になし得たものと認められる。

・請求項2～6、9～10について

トップコート、中間層、およびアンダーコートを形成することは、溶射皮膜においては周知の被覆手段である（例えば、引用例5）から、 Y_2O_3 からなる溶射皮膜と基材との間にさらにアンダーコートまたは中間層を形成することは、当業者にとって容易になし得た事項であると認められる。

（2）理由2について

・請求項1、7、8

・引用文献等5（以下、引用例5という。）

（備考）

引用例5の出願に係る明細書または図面には、プラズマに曝される部位に、希土類酸化物からなる耐食性膜を形成したもの（特許請求の範囲）が記載され、希土類酸化物として Y_2O_3 が好ましく、単独でもよい旨（第2頁右欄第24～25行）記載されているから、本願請求項1、7、8記載の発明は、引用例5記載のものと実質同一であると認められる。

引用文献等一覧

1. 特開平7-176524号公報
2. 特開平10-45461号公報
3. 特開平6-142822号公報
4. JIS使い方シリーズ「溶射技術マニュアル」, 第95頁
(1998年10月30日、(財)日本規格協会)
5. 特願平11-207161号(特開2001-31484号)

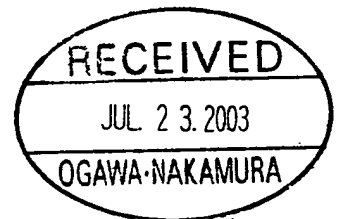
先行技術文献調査結果の記録

・調査した分野 IPC第7版
C23C4/00, 14/00, 16/00
H01L21/3065, 21/205

・審査官連絡先：特許審査第三部 金属加工
Tel : 03-3581-1101(内線)3423 Fax : 03-3580-6905

拒絶理由通知書

特許出願の番号 平成 1 1 年 特許願 第 3 5 1 5 4 6 号
起案日 平成 1 5 年 7 月 1 4 日
特許庁審査官 北村 明弘 8 0 1 9 4 Q 0 0
特許出願人代理人 小川 順三 (外 1 名) 様
適用条文 第 2 9 条第 2 項



<<<< 最 後 >>>>

この出願は、次の理由によって拒絶をすべきものである。これについて意見があれば、この通知書の発送の日から 6 0 日以内に意見書を提出して下さい。

理 由

この出願の下記の請求項に係る発明は、その出願前日本国内又は外国において頒布された下記の特許文献に記載された発明に基いて、その出願前にその発明の属する技術の分野における通常の知識を有する者が容易に発明をすることができたものであるから、特許法第 2 9 条第 2 項の規定により特許を受けることができない。

記 (引用文献等については引用文献等一覧参照)

請求項 1 ～ 1 1、引用文献等 1 ～ 7 (以下、引用例 1 ～ 7 という。)

(備考)

前回拒絶理由通知書で引用文献 1 ～ 4 を提示した。新たに引用例 5 ～ 7 を追加する。

引用例 5 には、プラズマエッチング装置の内壁を浸食率の少ない材料でコーティングする手段 (請求項 7) が記載され、その材料として Y_2O_3 (請求項 8) が例示されている。

引用例 6 には、プラズマに曝される部位を周期律表第 3 a 族元素化合物で構成した耐食性部材 (特許請求の範囲) が記載され、当該化合物として Y_2O_3 (段落 0 0 1 3) が例示され、基体表面に当該化合物を被覆すること (段落 0 0 1 4) が記載されている。

引用例 7 には、傾斜組成を有する溶射皮膜 (特許請求の範囲) が記載されている。

プラズマ処理容器内部材において基材表面に耐食性皮膜を溶射被覆したものが引用例 1 記載のように周知である。耐食性部材として Y_2O_3 が有用であることが引用例 2 に開示され、耐食性皮膜として Y_2O_3 を用いたものが引用例 5 ～ 6 に開示されているから、本願発明において Y_2O_3 溶射皮膜により被覆した点は当業者が容易になし得た手段であると認められる。

また、補正により、気孔率が特定された。しかし、基体表面の耐食性皮膜が緻密であるほど腐食性ガスの侵入を防止し皮膜剥離を防止する点で望ましいことは周知事項であり、また溶射皮膜が多孔質であることも周知である。本願発明で特定された気孔率「5 ～ 10 %」が各引用例に開示されていないとしても、耐食性皮膜の気孔率の範囲をどの程度まで許容できるかは、皮膜の耐食性、プラズマ処理容器内の雰囲気等の条件に応じて適宜選定できた事項であると認められる。

さらに、本願請求項 2 ～ 7、9 ～ 11 記載のアンダコートおよび中間層に係る事項は、前回の拒絶理由通知書で説明したとおりである。本願請求項 6 記載の傾斜濃度を有する溶射皮膜は、引用例 7 記載のように適宜なし得るものである。

なお、意見書において引用例 1 に関して本願発明との差異を主張しているが、プラズマ処理容器内部材の基体表面にアルミナを溶射形成する従来技術の一例として、引用例 1 を示したにすぎず、出願人が主張するところの新たな酸化アルミニウムの形成方法を引用したものでない。このような従来技術は、特開平 8 - 3 3 9 8 9 5 号公報、特開昭 6 4 - 3 9 7 2 8 号などにも開示されている。

引 用 文 献 等 一 覧

1. 特開平 7 - 1 7 6 5 2 4 号公報
2. 特開平 1 0 - 4 5 4 6 1 号公報
3. 特開平 6 - 1 4 2 8 2 2 号公報
4. J I S 使い方シリーズ「溶射技術マニュアル」, 第 9 5 頁
(1 9 9 8 年 1 0 月 3 0 日、(財) 日本規格協会)
5. 特開平 8 - 3 7 1 8 0 号公報
6. 特開平 1 0 - 4 0 8 3 号公報
7. 特開平 5 - 2 3 8 8 5 9 号公報

最後の拒絶理由通知とする理由

1. 最初の拒絶理由通知に対する応答時の補正によって通知することが必要になった拒絶の理由のみを通知する拒絶理由通知である。

整理番号 P 9 9 2 1 6

発通番号 2 5 0 1 1 2 3/E
発送日 平成 1 5 年 7 月 2 2 日

・審査官連絡先：特許審査第三部 環境化学

Tel : 03-3581-1101(内線)3419 Fax : 03-3580-8122